



①⑨ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 199 62 144 A 1**

⑤ Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**C 03 C 17/34**  
C 03 C 17/25  
C 03 C 17/245

⑲ Aktenzeichen: 199 62 144.6  
⑳ Anmeldetag: 22. 12. 1999  
㉔ Offenlegungstag: 28. 6. 2001

**DE 199 62 144 A 1**

⑦① Anmelder:  
SCHOTT DESAG Aktiengesellschaft, 31073  
Grünenplan, DE  
  
⑦④ Vertreter:  
Dr. Weitzel & Partner, 89522 Heidenheim

⑦② Erfinder:  
Vitt, Bruno, Prof. Dr., 52080 Aachen, DE;  
Blankenburg, Jürgen, 37520 Osterode, DE; Behr,  
Werner J., Dr., 31061 Alfeld, DE; Dasecke,  
Karl-Heinz, 31073 Grünenplan, DE; Lintner, Birgit,  
Dr., 55129 Mainz, DE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

- ⑤④ UV-reflektierendes Interferenzschichtsystem  
⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein UV-reflektierendes Interferenzschichtsystem für transparente Substrate mit breitbandiger Entspiegelung im sichtbaren Wellenlängenbereich.  
Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß das Interferenzschichtsystem mindestens vier Einzelschichten umfaßt, wobei aufeinanderfolgende Schichten unterschiedliche Brechungsindizes aufweisen und die Einzelschichten UV- und temperaturstabile anorganische Materialien umfassen.

**DE 199 62 144 A 1**

**BEST AVAILABLE COPY**

Die Erfindung betrifft ein UV-reflektierendes Interferenzschichtsystem für transparente Substrate mit breitbandiger Entspiegelung im sichtbaren Wellenlängenbereich, ein Verfahren zur Beschichtung eines Substrates mit einem derartigen Schichtsystem sowie die Verwendung derartiger Beschichtungssysteme in unterschiedlichen Anwendungsbe-

Derzeit bekannte Glasentspiegelungen für den sichtbaren Spektralbereich, wie die MIROGARD oder die AMIRAN-Entspiegelung der Schott-DESAG AG, Grünenplan sind Interferenzfilter aus drei Schichten, wobei zunächst eine Schicht mit einem mittleren Brechungsindex, darauf eine Schicht mit hohem Brechungsindex, meist  $\text{TiO}_2$ , und dann eine Schicht mit niedrigem Brechungsindex, meist  $\text{SiO}_2$  oder  $\text{MgF}_2$  abgeschieden werden. Als Schicht mit mittlerem Brechungsindex wird zum Beispiel eine Mischung aus  $\text{SiO}_2$  und  $\text{TiO}_2$ , aber auch  $\text{Al}_2\text{O}_3$  verwendet. Derartige Dreischicht-Entspiegelungen werden etwa auf Brillengläser, auf Monitore, auf Flachglas, zum Beispiel als Schaufensterscheiben, auf zu vergütende Linsen, etc. aufgebracht.

In den meisten Fällen besitzen diese Filter eine blau-violette oder grüne Restreflexion. Bei senkrechtem Lichteinfall ist die Reflexionscharakteristik beidseitig beschichteter Gläser dadurch gekennzeichnet, daß innerhalb des Wellenlängenintervalls von etwa 400–700 nm die Reflexion weniger als zum Beispiel 1% beträgt, aber außerhalb dieses Bereiches die Reflexion auf Werte bis etwa 30% ansteigt (V- oder W-förmige Charakteristik), also weit über die 8% des unbeschichteten Glases.

Nachteilig an derartigen Systemen ist, daß bei Betrachtung unter einem Winkel, der zunehmend von der senkrechten Ansicht abweicht, sich die Charakteristik zu immer kürzeren Wellenlängen verschiebt, wodurch das langweilige Reflexionsmaximum in den Bereich des Sichtbaren gerät, und einen unerwünschten Rotanteil der reflektierten Lichtfarbe verursacht.

Ein Ziel der vorliegenden Erfindung ist es daher, eine Entspiegelung zu finden, deren Restreflexion in einem wesentlich breiteren Wellenlängenbereich niedrig ist, also etwa im Bereich von 400 bis mindestens 800 nm bei senkrechtem Lichteinfall, und die darüber hinaus auch breitbandig bei höheren Betrachtungswinkeln entspiegelt. In vielen Anwendungsfällen, wie etwa bei Schaufensterverglasungen oder Verglasungen für Bilder, ist nämlich ein farbneutrales Aussehen wünschenswert, insbesondere für unterschiedliche Betrachtungswinkel.

Insbesondere für Bilderverglasungen etwa in Museen, aber auch im Falle von Schaufenster-Verglasungen, ist es darüber hinaus wünschenswert, daß ein – möglichst farbneutral – entspiegeltes Glas gleichzeitig die Funktion eines Schutzes der Bilderfarben bzw. der Natur- oder Kunstfasern sowie der Farbstoffe der Schaufensterauslagen gegen ultraviolette Licht übernimmt.

Bekanntermaßen reicht der UV-Anteil des Sonnenlichtes oder der von Lampenlicht; insbesondere bei Metallhalogenid- oder anderen Gasentladungslampen, aber auch bereits bei Halogenlampen aus, um über längere Zeiten erhebliche Schädigungen wie Verfärbung oder Versprödung von Natur- oder Kunststoffen auszulösen. Selbst für Verglasungen in Büro- oder Wohngebäuden wäre ein UV-Schutz wünschenswert, um ein Ausbleichen von Holzoberflächen, Gardinen, Polstermöbeln etc. bei direkter Sonneneinstrahlung stark zu vermindern, und so beispielsweise eine verbesserte passive Solarenergienutzung zu ermöglichen. Derzeitige Wärmeschutzgläser, die eine dünne Silberschicht enthalten, entspiegeln nicht im Sichtbaren, und bieten darüber hinaus

auch keinen ausreichenden UV-Schutz, da dünne Silberschichten im UV durchlässig werden.

Bei bekanntem entspiegeltem Weichglas wird UV-Schutz durch die Verwendung organischer Polymere als Absorber für UV-Licht erreicht, beispielsweise als Verbundglas, wobei zwei Glasscheiben mit einer im Brechungsindex an das Glas angepaßten, zum Beispiel 380 nm dicken PVB-Kunststoffolie zusammenlaminiert werden (Glas MIROGARD-PROTECT von Schott-DESAG). Solche Gläser sind unter intensivem Lampenlicht, zum Beispiel als Vorsatzscheiben für Lampen, aber nicht temperaturstabil und degradieren auch durch intensive UV-Bestrahlung. Ihre jeweils einseitige Dreischichtentspiegelung besitzt zudem die obengenannten Begrenzungen, die Herstellung von Verbundglas ist darüber hinaus aufwendig.

Eine andere Möglichkeit ist die Verwendung von UV-absorbierenden, aber für sichtbares Licht durchlässigen Lackschichten mit einigen Mikrometern Dicke. Derartige Lackschichten sind ebenfalls nicht UV- und temperaturstabil, und müssen nach dem Auftragen auf das Glas noch entspiegelt werden. Betreffend den Stand der Technik wird des weiteren noch auf die nachfolgenden Schriften

D1: H. Schröder, "Oxide Layers Deposited from Organic Solutions", in *Physics of Thin Films*, Academic Press, New York, London, Vol. 5 (1969), pp. 87–140

D2: H. Schröder, *Optica Acta* 9, 249 (1962)

D3: W. Geffeken, *Glastech. Ber.* 24, S. 143 (1951)

D4: H. Dislich, E. Hussmann, *Thin Solid films* 77 (1981), pp. 129–139

D5: N. Arfsten, R. Kaufmann, H. Dislich, Patentschrift DE 33 00 589 C2

D6: N. Arfsten, B. Lintner, et. al., Patentschrift DE 43 26 947 C1

D7: A. Pein, Europäische Patentschrift 0 438 646 B1

D8: I. Brock, G. Frank, B. Vitt, Europäische Patentschrift 0 300 579 A2

D9: Kienel/Frey (Hrsg.), "Dünnschicht-Technologie", VDI-Verlag, Düsseldorf (1987)

D10: R. A. Häfer, "Oberflächen- und Dünnschicht-Technologie", Teil I, "Beschichten von Oberflächen", Springer-Verlag (1987)

verwiesen, deren Offenbarungsgehalt vollumfänglich in die vorliegende Anmeldung mit eingeschlossen wird.

Aufgabe der Erfindung ist es somit, eine Beschichtung für ein transparentes Substrat, insbesondere Gläser anzugeben, mit der die zuvor beschriebenen Nachteile überwunden werden können.

Insbesondere soll ohne die Verwendung UV- oder temperaturunbeständiger Polymerfolien oder Lacke einerseits eine UV-Filterung erzielt werden, andererseits soll gleichzeitig eine wesentlich breitbandigere und farbneutralere Entspiegelung des Sichtbaren erfolgen.

Betreffend die UV-Filterung sollen annähernd gleiche Charakteristika wie bei den Folien- oder Lacksystemen erzielt werden.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch ein Interferenzschichtsystem gelöst, das mindestens vier Einzelschichten umfasst, wobei aufeinanderfolgende Schichten unterschiedliche Brechungsindizes aufweisen und die Einzelschichten UV- und temperaturstabile anorganische Materialien umfassen.

Besonders bevorzugt ist ein Interferenz-Schichtsystem aus fünf Schichten mit der Struktur Glas + M1/T1/M2/T2/S, wobei das hochbrechende Material T bei einer Wellenlänge von 550 nm einen Brechungsindex im Bereich von 1,9–2,3, das niedrigbrechende Material S einen Brechungsindex zwischen 1,38 und 1,50 und das mittelbrechende Material M einen Brechungsindex im Bereich von 1,6–1,8 aufweist, mit

Schichtdicken der einzelnen Materialien in den Bereichen von 70 bis 100 nm (M1), 30 bis 70 nm (T1), 20 bis 40 nm (M2), 30 bis 50 nm (T2) sowie 90 bis 110 nm (S).

In einer Ausgestaltung der Erfindung wird als hochbrechendes Material Titanoxid, als niedrigbrechendes Material Siliziumdioxid, und als mittelbrechendes Material eine Mischung dieser Stoffe verwendet.

In einer alternativen Ausführungsform kann als hochbrechende Schichten anstelle von Titanoxid auch Nioboxid  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , Tantaloxid  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , Ceroxid  $\text{CeO}_2$ , Hafniumoxid  $\text{HfO}_2$  sowie deren Mischungen mit Titandioxid oder untereinander eingesetzt werden, als niedrigbrechende Schicht anstelle von Siliziumdioxid auch Magnesiumfluorid  $\text{MgF}_2$  verwendet werden sowie als mittelbrechende Schichten anstelle von Ti-Si-Oxid-Mischungen auch Aluminiumoxid  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oder Zirkonoxid  $\text{ZrO}_2$  zum Einsatz kommen.

Als transparentes Substrat kann in einer ersten Ausführungsform Weichglas in Form von Floatglas, auch in eisenarmer Form, eingesetzt werden.

Alternativ hierzu können als Substrat auch Hartgläser, insbesondere Aluminosilikat- und Borosilikat-Hartgläser oder Quarzglas eingesetzt werden.

Neben dem Interferenzschichtsystem stellt die Erfindung auch ein Verfahren zum Aufbringen desselben auf ein Substrat zur Verfügung.

In einer ersten Ausgestaltung der Erfindung werden die Einzelschichten mittels Tauchverfahren oder Schleuderverfahren in Sol-Gel-Technik aufgetragen.

Alternativ hierzu können die Schichten mittels Kathodenzerstäubung (zum Beispiel Sputtering), mittels physikalischem Aufdampfen oder mittels chemischer Gasphasenabscheidung, insbesondere plasmaunterstützt, aufgetragen werden.

Die Erfindung soll nachfolgend anhand der Figuren beschrieben werden.

Es zeigen:

Fig. 1 den Reflexionsgrad über der Wellenlänge in Abhängigkeit vom Einfallswinkel der MIROGARD-Entspiegelung der SCHOTT-DESAG, Grünenplan gemäß dem Stand der Technik,

Fig. 2 den Reflexionsgrad über der Wellenlänge in Abhängigkeit vom Einfallswinkel der AMIRAN-Entspiegelung der SCHOTT-DESAG, Grünenplan gemäß dem Stand der Technik,

Fig. 3 die Durchlässigkeit von UV-Filtern auf Weichglas gemäß dem Stand der Technik in Abhängigkeit von der Wellenlänge,

Fig. 4 das Transmissionsspektrum eines erfindungsgemäßen System gemäß Ausführungsbeispiel 1,

Fig. 5 das Transmissionsspektrum eines Systems gemäß Ausführungsbeispiel 1 mit mehreren Scheiben,

Fig. 6 Reflexionscharakteristik eines erfindungsgemäßen Systems,

Fig. 7 Reflexionscharakteristik eines erfindungsgemäßen Systems bei einem Einfallswinkel  $\phi = 30^\circ$ ,

Fig. 8a, 8b Reflexionscharakteristik eines erfindungsgemäßen Systems bei einem Einfallswinkel  $\phi = 8^\circ$ ,

Fig. 9 Reflexionscharakteristik eines erfindungsgemäßen Systems gemäß Beispiel 2,

Fig. 10 Reflexionscharakteristik eines erfindungsgemäßen Systems gemäß Beispiel 3.

Fig. 1 zeigt die Abhängigkeit des Reflexionsgrades R vom Einfallswinkel für die MIROGARD-Entspiegelung der Schott-DESAG. Die Messungen des Reflexionsgrades wurden für unterschiedliche Winkel (12,5 bis  $50^\circ$ ) des einfallenden Lichtes gegen die Flächennormale aufgenommen.

Fig. 2 zeigt den Reflexionsgrad R für die Dreischichtentpiegelungen AMIRAN der Schott-DESAG AG, Grünen-

plan.

Die Systeme gemäß der Fig. 1 und 2 zeigen eine starke Abhängigkeit des Reflexionsgrades vom Einfallswinkel des Lichtes.

In Fig. 3 ist die Durchlässigkeit verschiedener UV-Filter gemäß dem Stand der Technik auf Weichglas als Funktion der Wellenlänge gezeigt. Normales Fensterglas ist unterhalb 290 nm infolge Absorption praktisch undurchlässig, so daß nur die verbesserte Blockierung im UV-B-Bereich, also bis 315 nm, aber hauptsächlich die Blockierung bei 315 und 380 nm als Aufgabe bleibt. Eine MIROGARD-Dreischichtentpiegelung ohne Kunststoffolie bringt gegenüber unbeschichtetem Glas bereits eine geringe Verbesserung der UV-Blockade durch Absorption und Reflexion. MIROGARD-Protect Verbundglas ist sehr wirksam als UV-A-Blocker, TrueVue und Sky Glas ebenfalls, jedoch ist TrueVue stark bläulich in Reflexion und deutlich gelb in Transmission.

Nachfolgend werden Beispiele 1-3 eines erfindungsgemäßen Systems mit gegenüber dem Stand der Technik verbesserten Eigenschaften detailliert beschrieben.

#### Beispiel 1 (farbneutrales Filter)

Es wird ein UV-Filter mit kombinierter Breitbandentspiegelungswirkung auf Weichglas ( $d = 3$  mm, nicht eisenarm) mittels Tauchverfahren (Sol-Gel-Prozeß) beidseitig hergestellt, mit der Maßgabe eines möglichst farbneutralen Aussehens.

Die Beschichtung auf beiden Seiten besteht aus jeweils fünf Einzelschichten, und besitzt die Struktur: Glas + M\* + T + M + S. Die Einzelschichten werden jeweils beidseitig identisch in einem Tauchschritt aufgetragen.

Die mit T gekennzeichneten Schichten enthalten Titandioxid  $\text{TiO}_2$ , die mit S gekennzeichnete Deckschicht enthält Siliziumdioxid  $\text{SiO}_2$ , die M-Schichten werden jeweils aus S- und T-Mischlösungen gezogen.

Das Floatglassubstrat wird vor der Beschichtung sorgfältig gereinigt. Die Tauchlösungen werden jeweils in auf  $28^\circ\text{C}$  klimatisierten Räumen bei einer Luftfeuchtigkeit von 7 bis  $12\text{ g/m}^3$  aufgetragen, die Ziehgeschwindigkeiten betragen dabei für die Einzelschichten  $M^*/T/M/T/S$ : 495/262/345/206/498 mm/min.

Auf das Ziehen einer jeden Gelschicht folgt ein Ausheizprozeß an Luft. Die Ausheiztemperaturen und Ausheizzeiten betragen  $180^\circ\text{C}/20$  min nach Herstellung der ersten, zweiten und dritten Gelschicht sowie  $440^\circ\text{C}/30$  min nach der vierten und nach der fünften Schicht.

Im Falle der T-Schichten setzt sich die Tauchlösung (pro Liter) zusammen aus:

68 ml Titan-n-Butylat, 918 ml Ethanol (abs.), 5 ml Acetylaceton, und 9 ml Ethyl-Butyrylacetat.

Die Tauchlösung zur Herstellung der S-Schicht enthält: 125 ml Kieselsäuremethylester, 400 ml Ethanol (abs.), 75 ml  $\text{H}_2$  (dest.), 7,5 ml Essigsäure und wird nach einer Ruhezeit von ca. 12 h mit 393 ml Ethanol (abs.) verdünnt.

Die Beschichtungslösungen zur Herstellung der Oxide mit mittlerem Brechungsindex werden durch Mischung der S- und T-Lösungen präpariert. Die mit M gekennzeichnete Schicht in Beispiel 1 wird aus einer Tauchlösung mit einem Siliziumoxidgehalt von 5,5 g/l, und einem Titanoxidgehalt von 2,8 g/l, gezogen, die entsprechenden Oxidgehalte der  $M^*$ -Tauchlösung betragen 11,0 g/l bzw. 8,5 g/l.

Der in Beispiel 1 angewandte naßchemische Sol-Gel-Prozeß erlaubt als Tauchverfahren die wirtschaftliche Beschichtung großer Flächen wie etwa Architekturgläser mit Interferenzfiltern, wobei die Möglichkeit der beidseitigen Beschichtung in einem Arbeitsgang und der Realisierung von Mischoxiden mit dem jeweilig gewünschten Brechungsindex

dex von großem Vorteil sind.

Scheiben können dabei entweder beidseitig oder nach Abdecken einer Glasseite auch einseitig beschichtet werden.

Alternative Beschichtungsverfahren sind das physikalische Aufdampfen im Hochvakuum und seine Weiterentwicklungen hinsichtlich Ionen- und Plasmaunterstützung und die Kathodenzerstäubung.

Fig. 4 zeigt das Transmissionsspektrum eines erfindungsgemäßen Filters im Wellenlängenbereich 280 bis 480 nm, hergestellt gemäß Ausführungsbeispiel 1 (farbneutrales Filter). Auch ohne die Verwendung polymerer Werkstoffe wird der gefährliche UV-B-Bereich vollständig, der UV-A-Bereich zu mehr als 2/3 blockiert, wobei nur der weniger schädliche Bereich 340–380 nm etwa zu 1/3 durchgelassen wird. Hierbei ist anzumerken, daß die Schädlichkeit der UV-Strahlung zu kürzeren Wellenlängen hin stetig zunimmt.

Die Durchlässigkeit im Wellenlängenbereich 300 bis 380 nm beträgt 15%, verglichen mit einer unbeschichteten Glasscheibe (ca. 60%) ist dies eine UV-Dämpfung um den Faktor 4. Im Falle von Gebäudeverglasungen werden allerdings meist Doppelscheiben, weniger häufig Dreifachscheiben verwendet. Die Verwendung von Mehrfachscheiben verbessert den UV-Schutz nochmals erheblich, wie Fig. 5 zeigt.

Bei Doppelscheiben, jeweils beidseitig mit dem erfindungsgemäßen UV-Filter versehen, sinkt die Durchlässigkeit im Bereich 300–380 nm bereits auf 7%, für Dreifachscheiben wurde ein Wert von 4% gemessen. Gleichzeitig betragen die Reflexionsverluste im Bereich des sichtbaren Sonnenlichtes für diese Architekturverglasungen nur ca. 1% für Einfachscheiben, also etwa 2% bzw. 3% für Doppel- bzw. Dreifachscheiben. Verglichen mit den unbeschichteten Gläsern bedeutet dies eine Reduzierung der Reflexionsverluste um absolute 7% für die Einfachscheibe, und 14% bzw. 21% für die Doppel- und Dreifachscheiben.

Insbesondere für Verglasungen von Museen und Textilfachgeschäften ist hiermit ein neuer Stand der Technik geschaffen, da das erfindungsgemäße Fünf-Schichten-Filter gegenüber der Drei-Schichten-Lösung nur einen relativ geringen Mehraufwand darstellt.

Darüber hinaus löst das erfindungsgemäße Filter auch die Aufgabe, gleichzeitig eine farbneutrale Erstspiegelung zu realisieren, die durch die große Breite des Bereiches niedriger Reflexion auch eine farbneutrale Erstspiegelung unter größeren Betrachtungswinkeln garantiert.

Fig. 6 zeigt die gemessene Reflexionscharakteristik des erfindungsgemäßen Filters im sichtbaren Bereich von 380 bis 780 nm in Abhängigkeit vom Betrachtungswinkel (12,5–50°). Ein Vergleich mit den Fig. 1 und 2 demonstriert die Überlegenheit der erfindungsgemäßen Lösung gegenüber MIROGARD und auch AMIRAN hinsichtlich Breitbandigkeit, insbesondere auch unter größeren Betrachtungswinkeln. Dies wird auch aus Fig. 7 durch Vergleich des erfindungsgemäßen Filters mit diesen Drei-Schicht-Lösungen für einen festen Beobachtungswinkel von 30° deutlich.

Fig. 8a und 8b zeigen das Reflexionsspektrum für einen Betrachtungswinkel von 8° mit verschiedenen Maßstäben von R, und einem besonders in Richtung UV vergrößerten Wellenlängenbereich: Der durchschnittliche Reflexionsgrad im Bereich von 400 bis 800 nm beträgt 1%, der subjektive Farbeindruck ist wesentlich neutraler, insbesondere auch für große Betrachtungswinkel oberhalb 30°, als bei allen herkömmlichen Dreischichtentspiegelungen.

Wie Fig. 8a zeigt, beruht die Blockadewirkung des erfindungsgemäßen UV-Filters überwiegend auf Reflexion, und weniger auf Absorption (UV-Reflektor).

Die so hergestellten optischen Filter zeigen nicht nur die zuvor beschriebene wellenlängenabhängige Transmissions-

und Reflexionscharakteristik, sondern zeichnen sich insbesondere durch eine hohe optische Qualität aus, sind frei von Rissen, von Trübungen und Lichtstreuung, und vermitteln einen sehr farbneutralen Eindruck in Reflexion. Sie zeigen insbesondere aber auch in Transmission keine farbverfälschende Wirkung, was zum Beispiel für Bilderverglasungen sehr wichtig ist.

Folgende Lebensdauer- und Anwendungstests hinsichtlich Anwendung in Innenräumen wurden mit dem gemäß Beispiel 1 hergestellten Filtern durchgeführt:

- Boiltest (DIN 51 165), Kondenswasser-Konstantklima (DIN 50 017), Salzsprühnebel-Prüfung (DIN 50 021), Cass-Test (Kupferchlorid + Essigsäure + NaCl)

sowie hinsichtlich Außenanwendung

- Kondenswasserbeständigkeitsprüfung, Säurebeständigkeitsprüfung, Abriebfestigkeitsprüfung (jeweils Anforderungsklasse A).

Die erfindungsgemäß beschichteten Gläser widerstanden den hier aufgeführten Tests und können somit sowohl in Innenräumen, als auch im Außenbereich, zum Beispiel als Architekturverglasungen, angewandt werden. Die Erfindung wird nachfolgend noch anhand zweier weiterer Ausführungsbeispiele erläutert.

#### Beispiel 2 (grüne Entspiegelung)

Die Herstellung eines UV-Filters mit kombinierter Breitbandentspiegelungswirkung auf Weichglas, mit der Maßgabe einer grünen Restreflexionsfarbe, erfolgt analog zu Beispiel 1, allerdings wird die erste Schicht (M\*) aus Beispiel 1 jetzt durch eine Schicht M# ersetzt, die aus einer Silizium-Titan-Mischlösung mit modifizierter Zusammensetzung gezogen wird. Diese Lösung weist einen Siliziumoxidgehalt von 11,0 g/l, und einen Titanoxidgehalt von 5,5 g/l auf. Durch den relativ niedrigen Titangehalt besitzen die so hergestellten M#-Schichten gegenüber M\* einen etwas niedrigeren Brechungsindex.

Als Ziehgeschwindigkeiten werden nun für die Einzelschichten M#/T/M/T/S:  $v = 540/262/345/206/500$  mm/min gewählt, wobei ein optisches Filter mit einer Reflexionscharakteristik gemäß Fig. 9 erhalten wird, das sich von dem Filter aus Beispiel 1 im wesentlichen nur durch die geänderte Restreflexion im Sichtbaren unterscheidet. Weitere Eigenschaften des Filters entsprechen dem Beispiel 1.

#### Beispiel 3 (blau-violette Entspiegelung)

Die Herstellung eines erfindungsgemäßen Filters, jedoch mit blau-violetter Farbe der Restreflexion, erfolgt mit dem Verfahren und auch den Einzelschichten gemäß Beispiel 1, aber mit den folgenden Zielgeschwindigkeiten für M\*/T/M/T/S:  $v = 525/247/302/194/470$  mm/min. Hierdurch wird ein Filter mit einer Reflexionscharakteristik entsprechend Fig. 10 erhalten. Bis auf den geänderten Farbeindruck der Restreflexion entsprechen die weiteren Eigenschaften des Filters denen der Ausführungsbeispiele 1 und 2.

Mit der Erfindung wird erstmals eine Beschichtung angegeben, die die Grenzflächen Glas-Luft im sichtbaren Wellenlängenbereich (380–780 nm) vorzugsweise farbneutral entspiegelt, und gleichzeitig die UV-Schutz-Eigenschaften von transparenten Substraten im Wellenlängenbereich des UV-A (315–380 nm) und UV-B (280–315 nm) erheblich verbessert.

Anwendungsgebiete des erfindungsgemäßen optischen Filters sind neben der Beschichtung von Glasscheiben auch die Beschichtung von Lampenkolben in der Lichtindustrie, um das ausgestrahlte sichtbare Licht, insbesondere auch unter größeren Emissionswinkeln, farbneutral zu erhöhen, und gleichzeitig die UV-Ausstrahlung zu reduzieren. Dies betrifft insbesondere Entladungslampen mit Quarzglas-  
kolben, zum Beispiel Metallhalogenid-Lampen, in geringerem Maße aber auch Halogenlampen mit Quarz- oder Hartglas-  
kolben.

Des weiteren kann die Beschichtung von rohrförmigen Hüllkolben für Lampen mit dem erfindungsgemäßen Filter erfolgen sowie die Anwendung des Filters auf planen Vorsatzscheiben aus Hart- und Weichglas.

#### Patentansprüche

1. UV-reflektierendes Interferenzschichtsystem für transparente Substrate mit breitbandiger Erstspeie-  
gung im sichtbaren Wellenlängenbereich, **dadurch ge-  
kennzeichnet**, daß das Interferenzschichtsystem min-  
destens vier Einzelschichten umfaßt, wobei aufeinander-  
folgende Schichten unterschiedliche Brechungsindizes  
aufweisen und die Einzelschichten UV- und tempera-  
turstabile anorganische Materialien umfassen.
2. Interferenzschichtsystem nach Anspruch 1, dadurch  
gekennzeichnet, daß die anorganischen Materialien an-  
organische Oxide sind.
3. Interferenzschichtsystem nach einem der Ansprü-  
che 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die anorga-  
nischen Oxide oberhalb einer Lichtwellenlänge von  
320 nm weitgehend transparent sind.
4. Interferenzschichtsystem nach einem der Ansprü-  
che 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Einzel-  
schichten eine oder mehrere Materialien oder Mischun-  
gen aus der nachfolgenden Gruppe von anorganischen  
Oxiden umfassen:  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{HfO}_2$ ,  
 $\text{SiO}_2$ ,  $\text{MgF}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ .
5. Interferenzschichtsystem nach einem der Ansprü-  
che 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Interfe-  
renzschichtsystem mindestens fünf Einzelschichten  
mit folgendem Schichtaufbau umfaßt:  
Substrat/M1/T1/M2/T2/S, wobei  
Substrat das transparente Substrat  
M1, M2 eine Schicht mit mittlerem Brechungsindex  
T1, T2 eine Schicht mit hohem Brechungsindex  
S eine Schicht mit niedrigem Brechungsindex  
bezeichnet.
6. Interferenzschichtsystem nach Anspruch 5, dadurch  
gekennzeichnet, daß bei einer Referenzwellenlänge  
von 550 nm die Brechungsindizes der Einzelschichten  
in folgendem Bereich liegen:  
 $n_h \leq 1,5$   
 $1,6 < n_m < 1,8$   
 $1,9 \leq n_h$
7. Interferenzschichtsystem nach Anspruch 6, dadurch  
gekennzeichnet, daß die Schichtdicke der Einzel-  
schichten in folgendem Bereich liegt:  
für die Schicht M1:  $70 \text{ nm} \leq d_{M1} \leq 100 \text{ nm}$   
für die Schicht T1:  $30 \text{ nm} \leq d_{T1} \leq 70 \text{ nm}$   
für die Schicht M2:  $20 \text{ nm} \leq d_{M2} \leq 40 \text{ nm}$   
für die Schicht T2:  $30 \text{ nm} \leq d_{T2} \leq 50 \text{ nm}$   
für die Schicht S:  $90 \text{ nm} \leq d_s \leq 110 \text{ nm}$ .
8. Interferenzschichtsystem nach Anspruch 6 oder 7,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Schichten nachfol-  
gende Materialien umfassen:  
die hochbrechende Schicht mit  $n_h \text{ TiO}_2$   
die niedrigbrechende Schicht mit  $n_h \text{ SiO}_2$

und die mittelbrechende Schicht mit  $n_m$  eine Mischung  
aus  $\text{TiO}_2$  und  $\text{SiO}_2$ .

9. Interferenzschichtsystem nach Anspruch 6 oder 7,  
dadurch gekennzeichnet, daß

die hochbrechenden Einzelschichten mit  $n_h$  eines oder  
mehrerer der nachfolgenden Materialien umfassen:

$\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{HfO}_2$  sowie Mischungen dieser  
Materialien mit  $\text{TiO}_2$ ,

die niedrigbrechenden Schichten folgende Materialien  
umfassen:

$\text{MgF}_2$  oder Mischungen von  $\text{MgF}_2$  mit  $\text{SiO}_2$  sowie die  
mittelbrechenden Schichten eines oder mehrere der  
nachfolgenden Materialien:

$\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ .

10. Interferenzschichtsystem gemäß einem der An-  
sprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das trans-  
parente Substrat Weichglas in Form von Floatglas auch  
in eisenarmer Form ist.

11. Interferenzschichtsystem gemäß einem der An-  
sprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das trans-  
parente Substrat ein Hartglas, insbesondere Aluminosi-  
likat- und Borosilikat-Hartglas ist.

12. Interferenzschichtsystem gemäß einem der An-  
sprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das trans-  
parente Substrat Quarzglas ist.

13. Verfahren zum Beschichten eines Substrates, ins-  
besondere eines transparenten Substrates mit einem  
Beschichtungssystem gemäß einem der Ansprüche 1  
bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Auftragen der  
Einzelschichten mittels eines Tauch- oder Schleuder-  
verfahrens in Sol-Gel-Technik erfolgt.

14. Verfahren zum Beschichten eines Substrates, ins-  
besondere eines transparenten Substrates mit einem In-  
terferenzschichtsystem gemäß einem der Ansprüche 1  
bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Einzelschich-  
ten mittels Kathodenzerstäubung, physikalischem Auf-  
dampfen oder chemischer Gasphasenabscheidung, ins-  
besondere ionen- oder plasmaunterstützt erfolgt.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 14,  
dadurch gekennzeichnet, daß das Substrat beidseitig  
beschichtet wird.

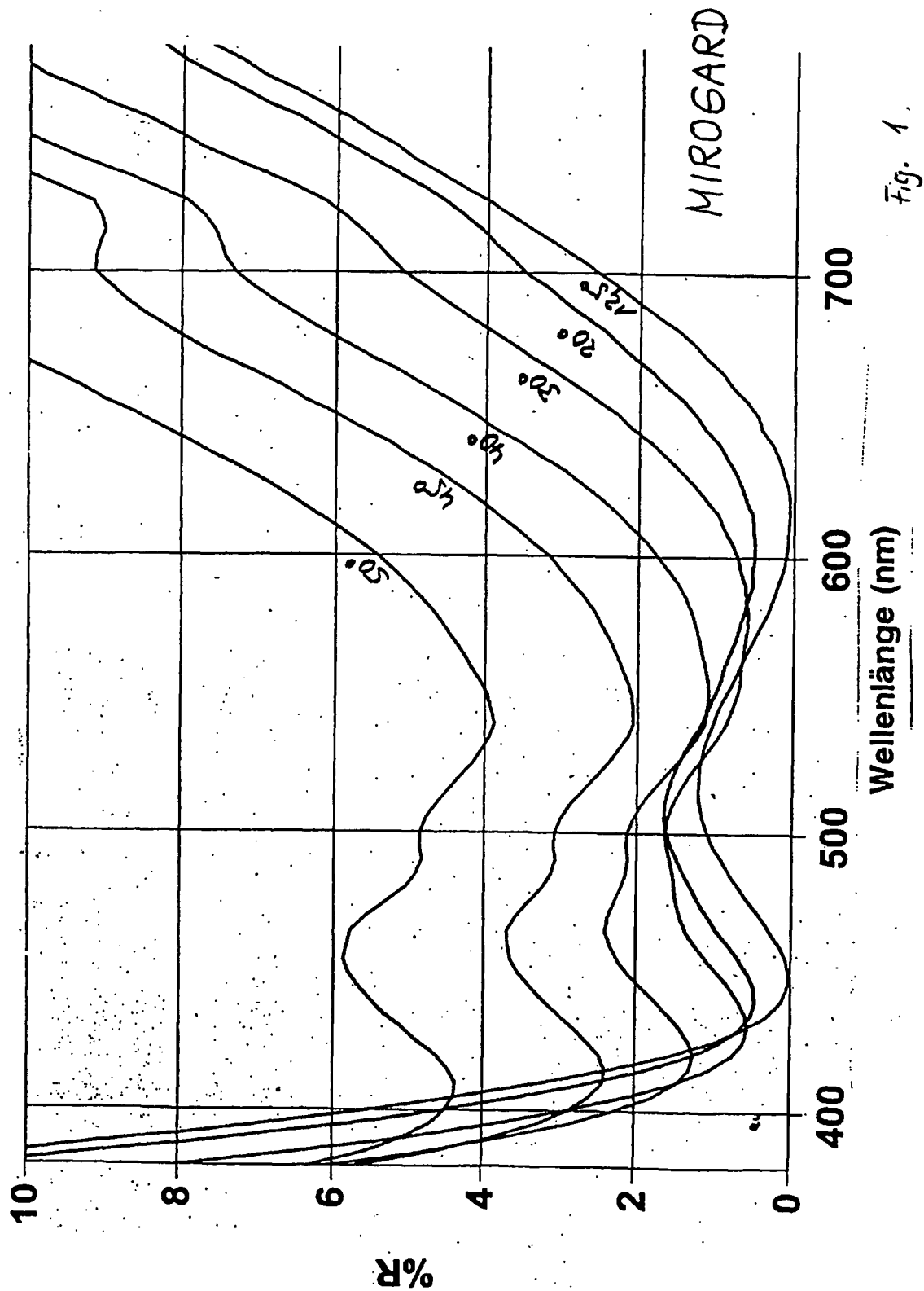
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 14,  
dadurch gekennzeichnet, daß eine Seite des Substrates  
abgedeckt wird und das Substrat nur einseitig be-  
schichtet wird.

17. Verwendung eines Interferenzschichtsystems ge-  
mäß einem der Ansprüche 1 bis 12 für die Beschich-  
tung von Scheiben für Verglasungen.

18. Verwendung eines Interferenzschichtsystems ge-  
mäß einem der Ansprüche 1 bis 12 für die Beschich-  
tung von Lampenkolben in der Lichtindustrie.

19. Verwendung eines Interferenzschichtsystems ge-  
mäß einem der Ansprüche 1 bis 12 für die Beschich-  
tung von rohrförmigen Hüllkolben für Lampen oder  
Vorsatzscheiben aus Hart- oder Weichglas.

Hierzu 11 Seite(n) Zeichnungen



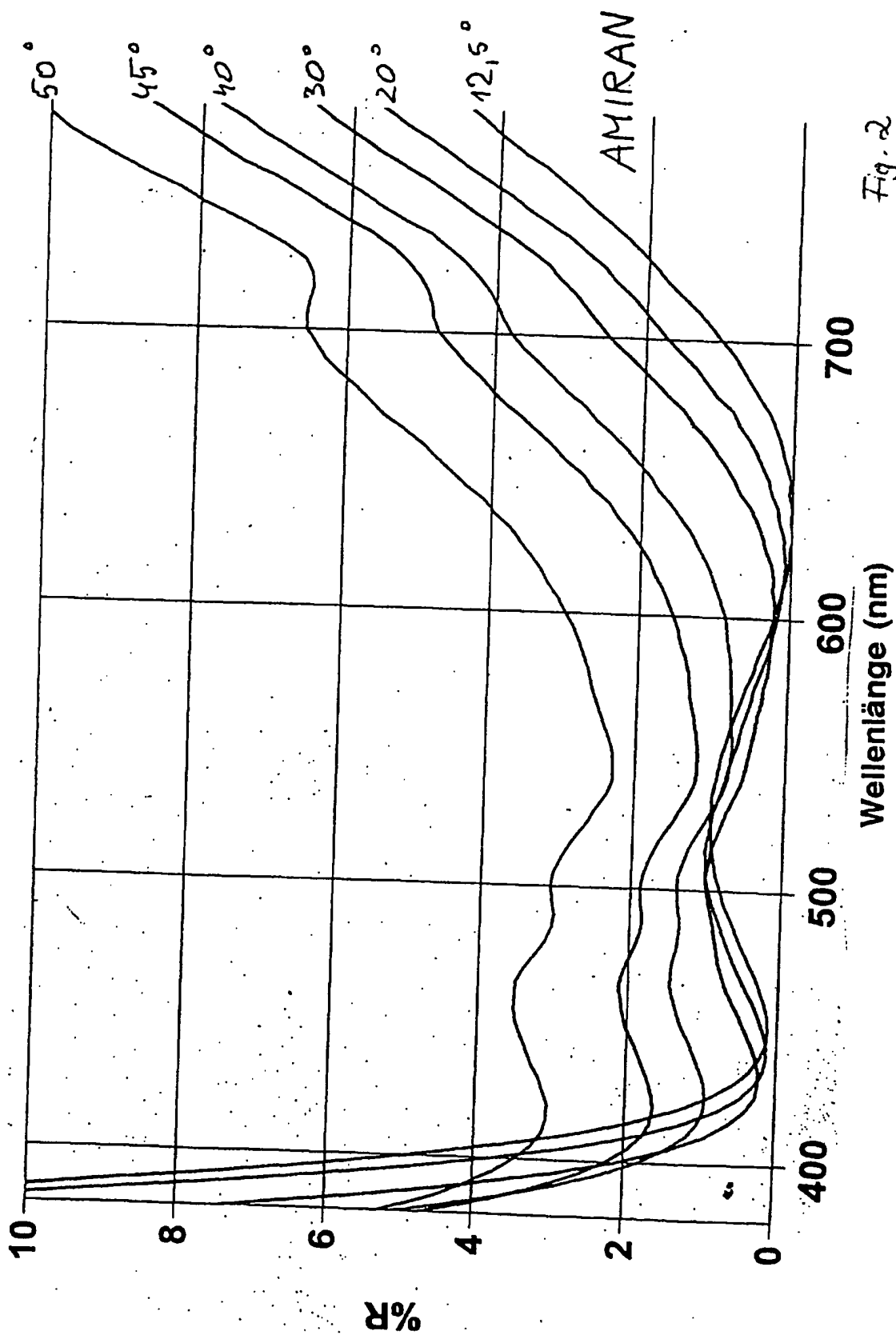


Fig. 2

Fig. 3: UV-Schutz-Gläser

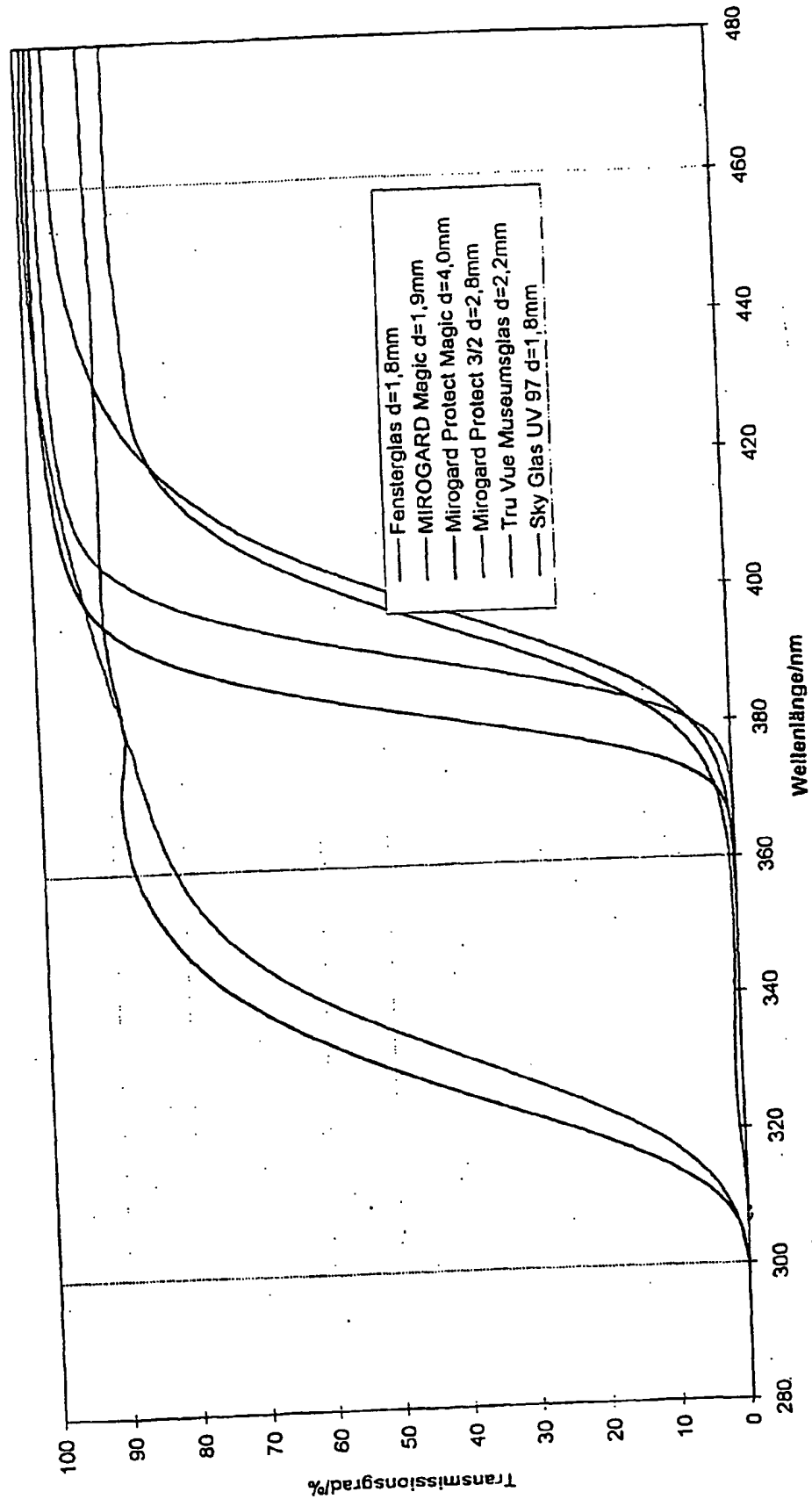




Fig. 4: Entspiegelung mit UV-Schutz gemäß Beispiel 1

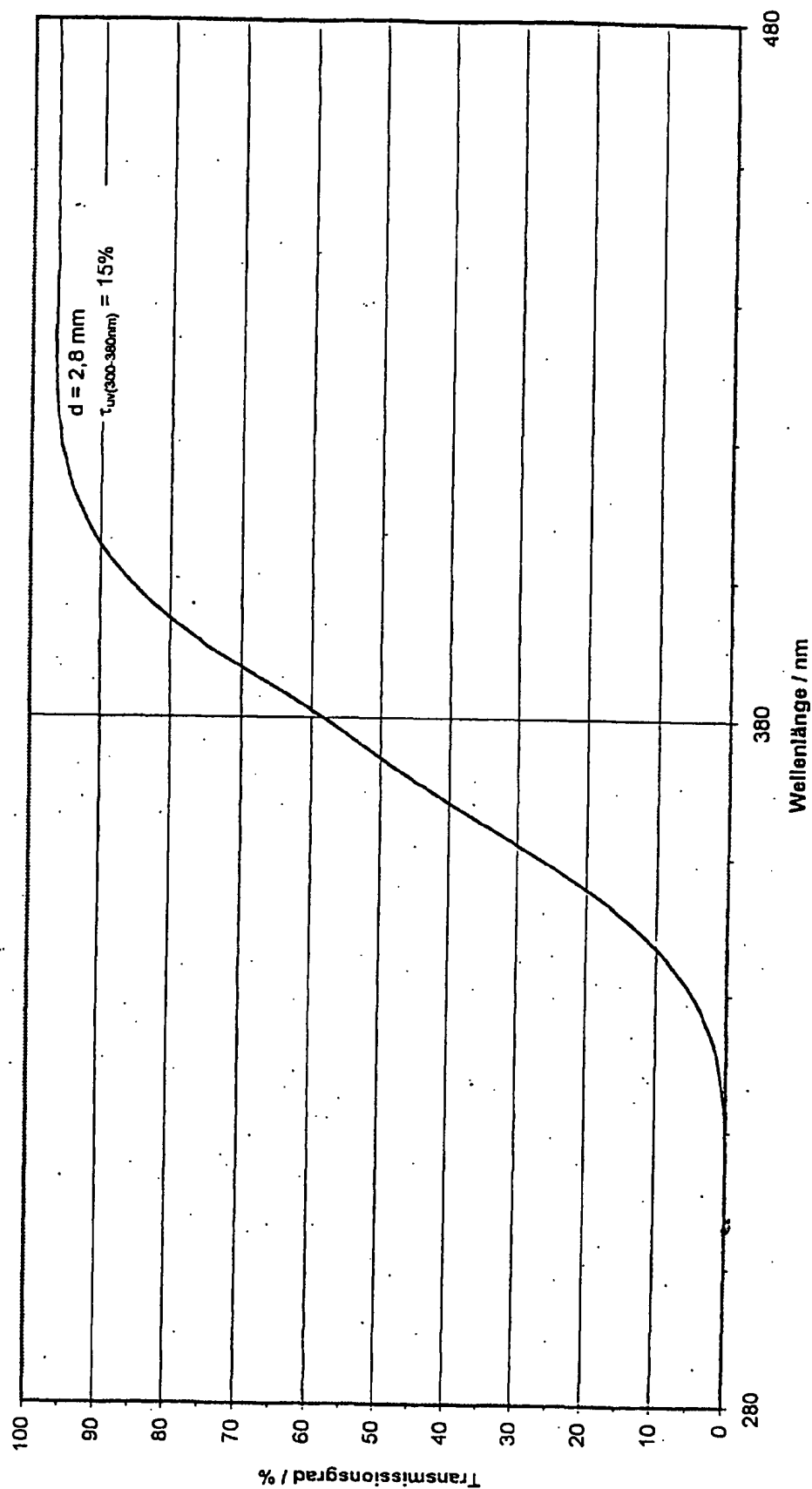
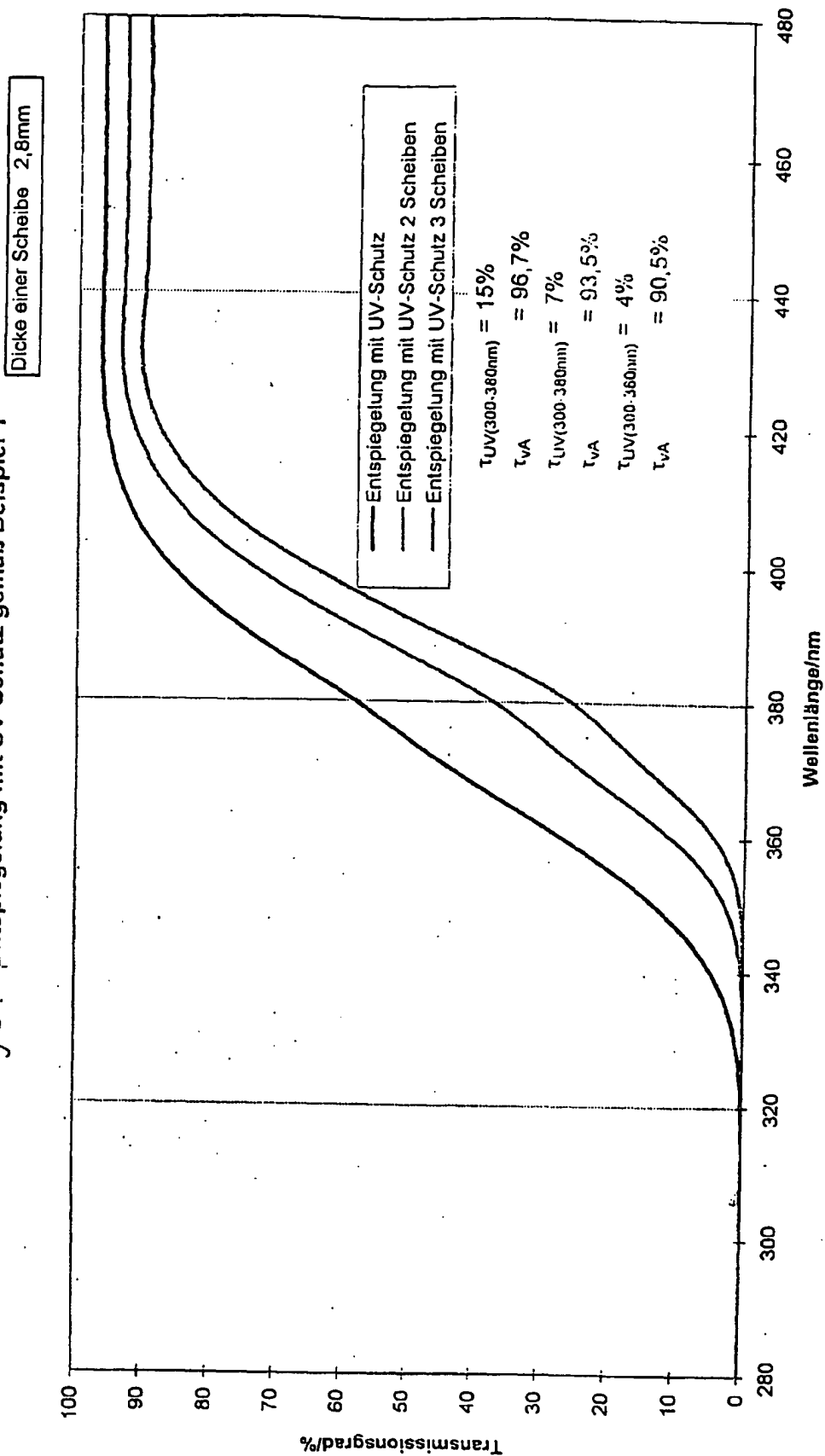
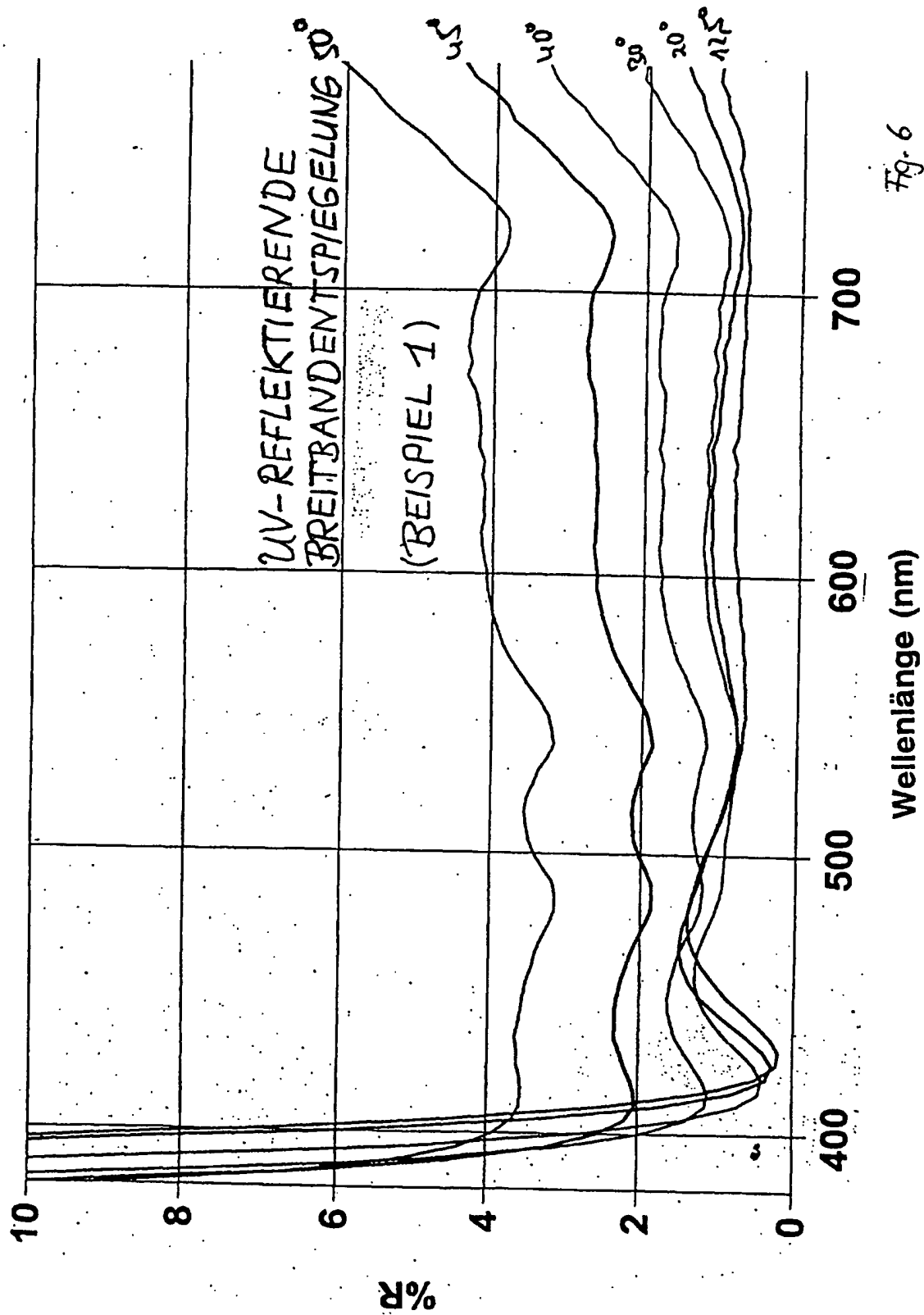


Fig. 5 : Entspiegelung mit UV-Schutz gemäß Beispiel 1





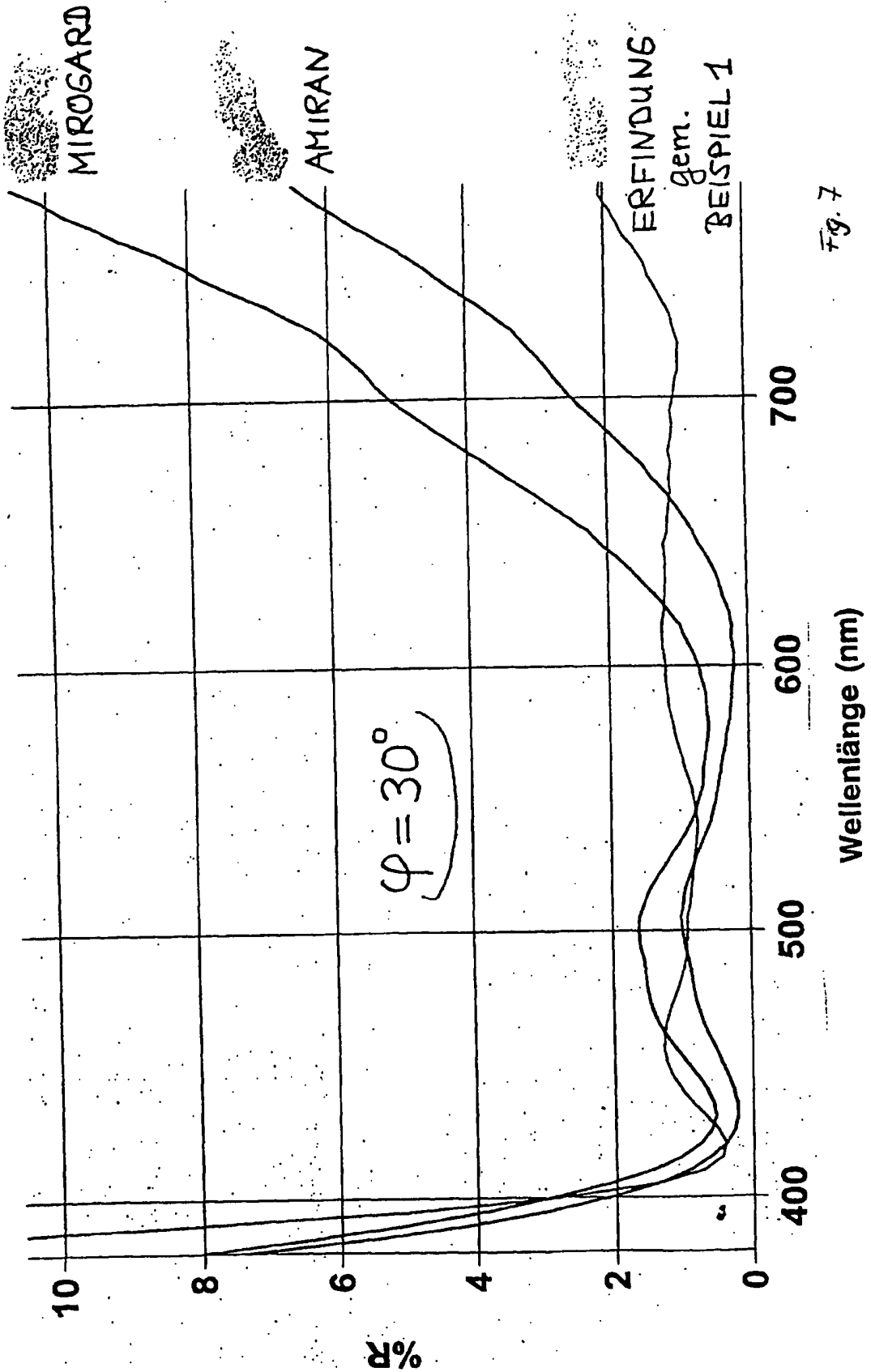


Fig. 7

Fig. 2a: Filter mit farbneutraler Restreflexion gemäß Beispiel 1

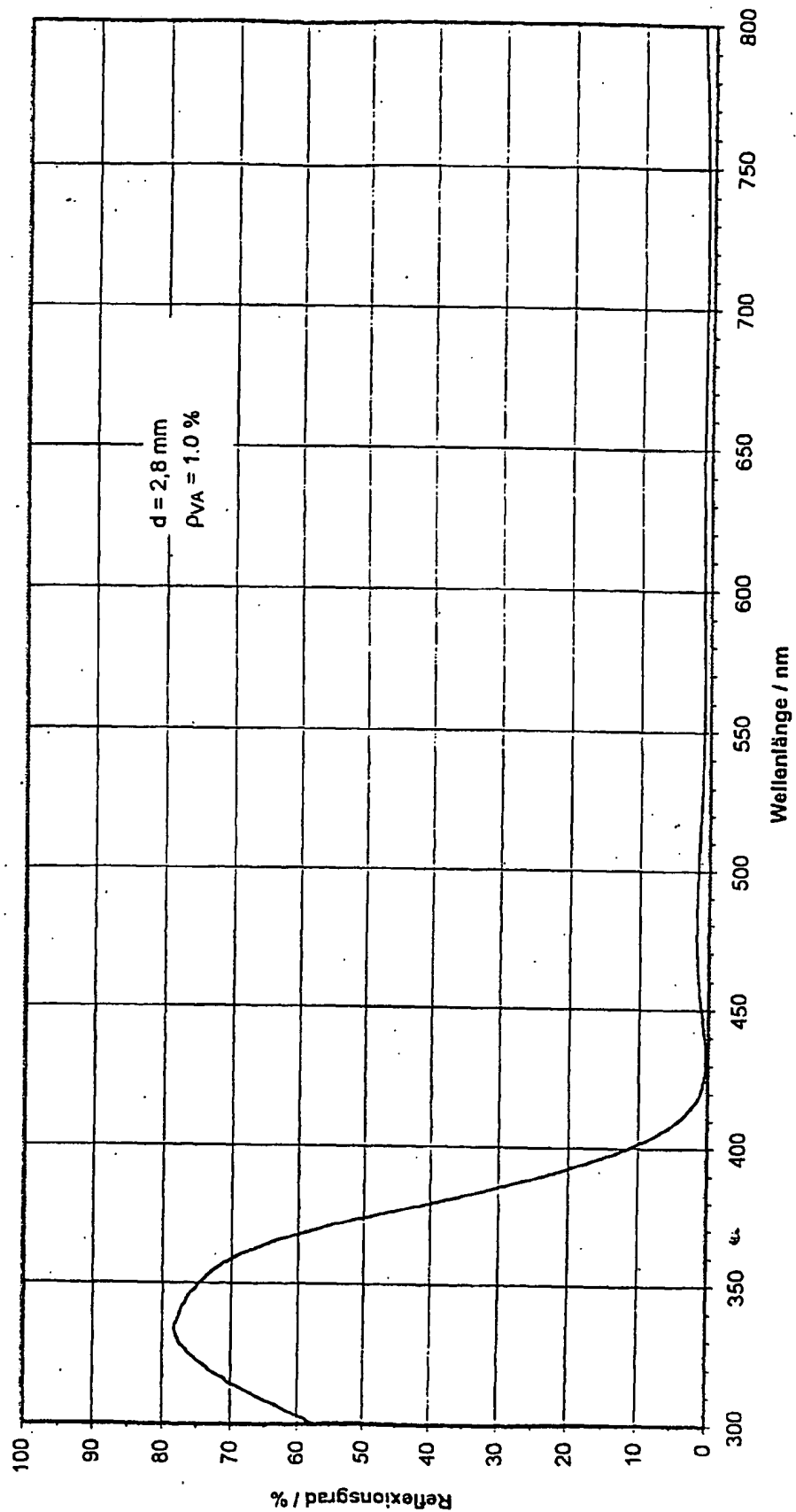


Fig. 3b: Filter mit farbneutraler Restreflexion gemäß Beispiel 1

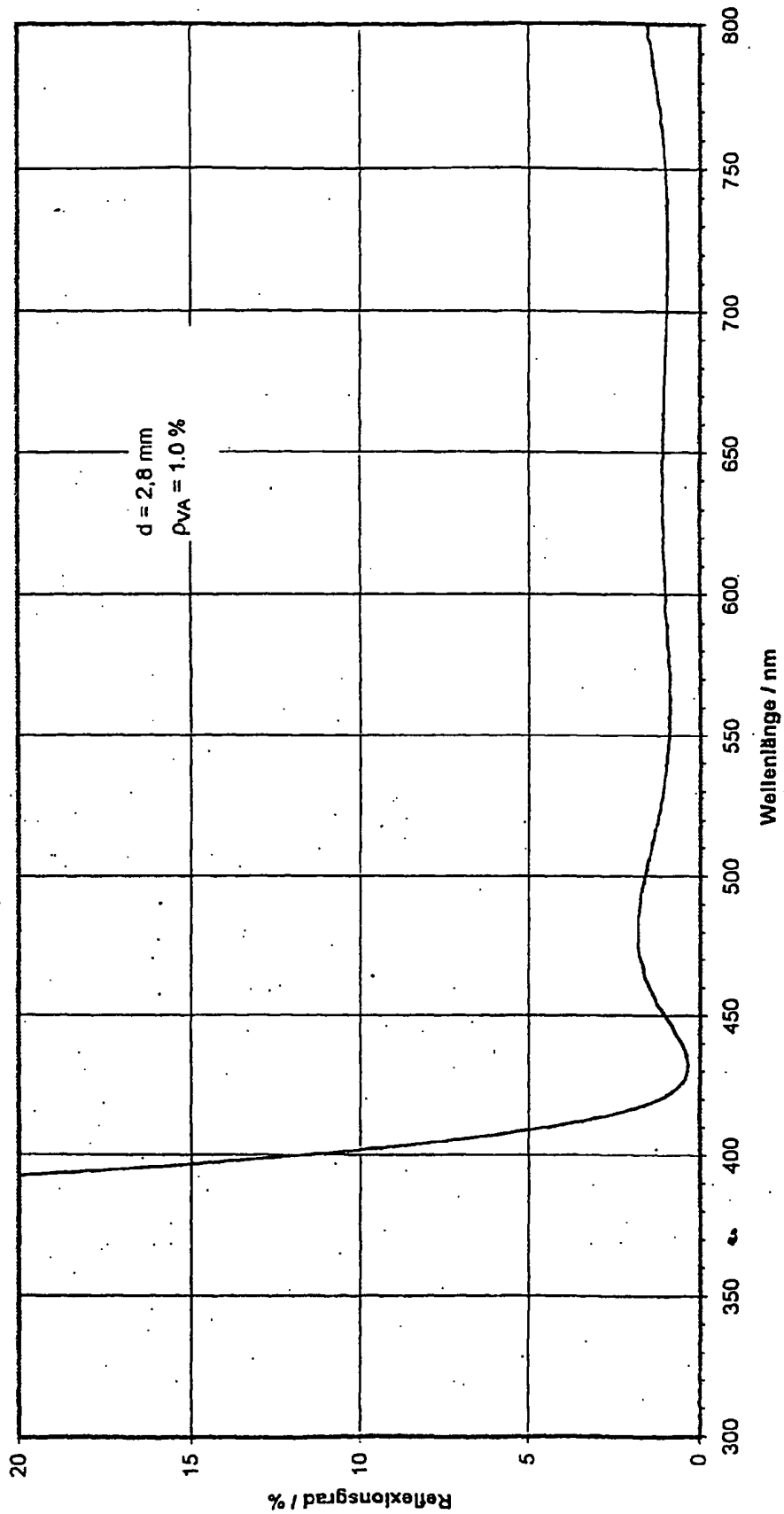


Fig. 9: Beispiel 2, grün  $\rho_{VA} = 2,0 \%$

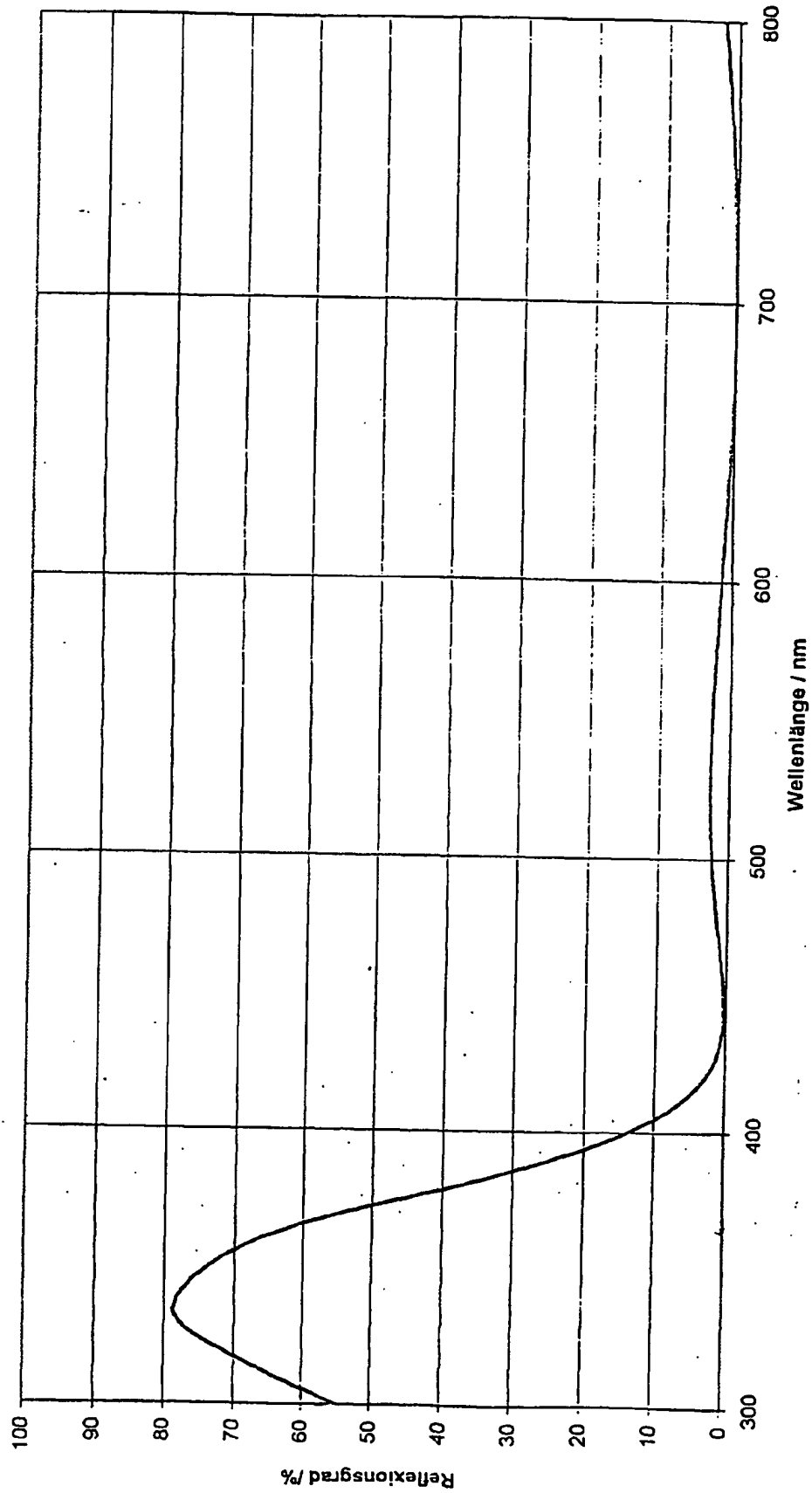
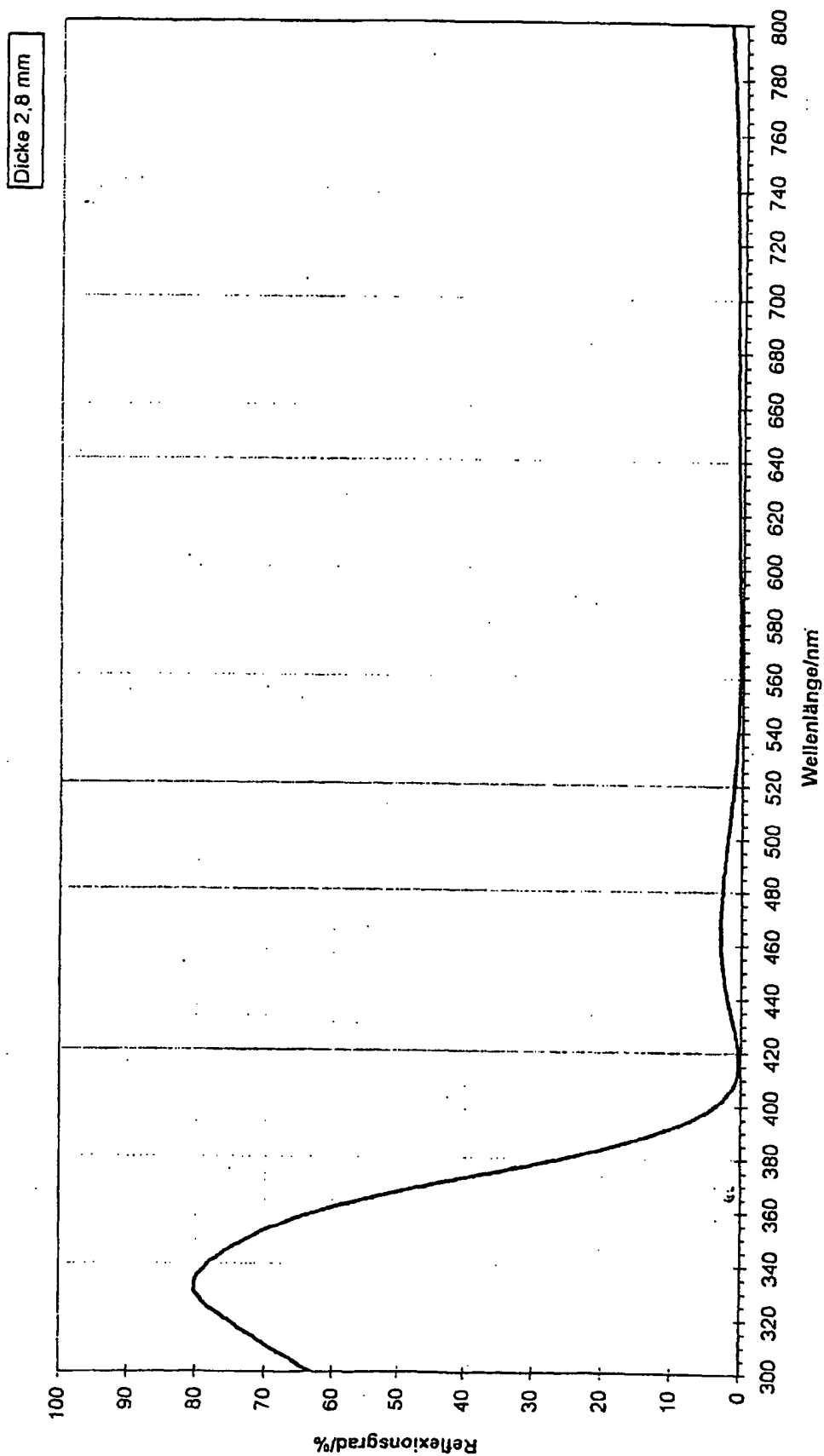


Fig. 10: Filter mit blau-violetter Restreflexion gemäß Beispiel 3





**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**